

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 3314742 A1

⑯ Int. Cl. 3:  
C09C 3/12  
C 08 K 9/06  
C 08 L 21/00

⑯ Aktenzeichen: P 33 14 742.6  
⑯ Anmeldetag: 23. 4. 83  
⑯ Offenlegungstag: 25. 10. 84

20

DE 3314742 A1

⑯ Anmelder:  
Degussa AG, 6000 Frankfurt, DE

⑯ Erfinder:  
Kerner, Dieter, Dr.; Kleinschmit, Peter, Dr., 6450  
Hanau, DE; Parkhouse, Alan, 5047 Wesseling, DE;  
Wolff, Siegfried, 5303 Bornheim, DE

Behördensigentum

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ An der Oberfläche modifizierte natürliche oxidische oder silikatische Füllstoffe, ein Verfahren zur Herstellung und deren Verwendung

Die Erfindung betrifft die Modifizierung von natürlichen oxidischen oder silikatischen Füllstoffen mit wasserunlöslichen, schwefelhaltigen Organosiliciumverbindungen. Die Füllstoffe werden zu diesem Zweck in eine wäßrige Suspension überführt und mit den Organosiliciumverbindungen gegebenenfalls in Gegenwart eines Emulgators behandelt.

DE 3314742 A1

21.04.1983  
183.141 KV

1

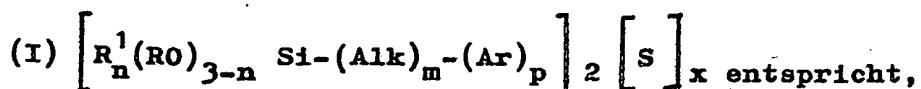
5

Degussa Aktiengesellschaft  
Frankfurt am Main

10

An der Oberfläche modifizierte natürliche  
oxidische oder silikatische Füllstoffe, ein  
Verfahren zur Herstellung und deren Verwendung15. Patentansprüche

20

1. Natürliche oxidische oder silikatische Füll-  
stoffe, an der Oberfläche modifiziert mit mindestens  
einer Organosiliciumverbindung, dadurch gekenn-  
zeichnet, daß die Verbindung wasserunlöslich ist  
und der Formel (I)

25

in der bedeuten:

30

R und R<sup>1</sup> eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoff-  
atomen, den Phenylrest, wobei alle Reste R und R<sup>1</sup>  
jeweils die gleiche oder eine verschiedene Bedeu-  
tung haben können, R eine C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxi-  
n: 0, 1 oder 2Alk: einen zweiwertigen, geraden oder verzweigten  
Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen,

35

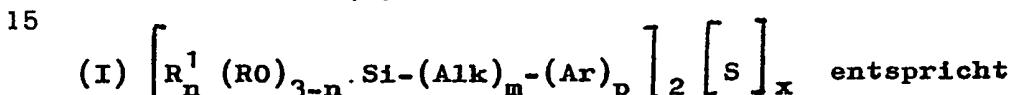
m: 0 oder 1

Ar: einen Arylenrest mit 6 bis 12 C-Atomen

...

1 Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, mit wasserunlöslichen Organosiliciumverbindungen modifizierte, mit Kautschuken verträgliche oxidische oder silikatische, feinteilige Füllstoffe und Verfahren zu ihrer Herstellung zu finden, bei denen man trotz der Wasserunlöslichkeit lösungsmittelfrei in wässriger Phase arbeiten kann.

Gegenstand der Erfindung sind mit Kautschuken verträgliche, oxidische oder silikatische, natürliche Füllstoffe, an der Oberfläche modifiziert mindestens einer Organosiliciumverbindung, die dadurch gekennzeichnet sind, daß die Verbindung wasserunlöslich ist und der Formel (I)



in der bedeuten:

20 R und R<sup>1</sup> eine Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen den Phenylrest, wobei alle Reste R und R<sup>1</sup> jeweils die gleiche oder eine verschiedene Bedeutung haben können, R eine C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkyl-C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkoxygruppe, n: 0, 1 oder 2

25 Alk: einen zweiwertigen, geraden oder verzweigten Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, m: 0 oder 1

Ar: einen Arylenrest mit 6 bis 12 A-Atomen

p: 0 oder 1 mit der Maßgabe, daß p und m nicht gleichzeitig 0 bedeuten und

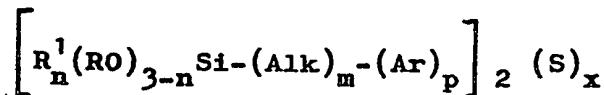
30 x: eine Zahl von 2 bis 8.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der modifizierten natürlichen oxidischen oder silikatischen Füllstoffe, das dadurch

1 gekennzeichnet ist, daß man

a) bis zu 80 Gew.% mindestens einer wasserunlöslichen Organosiliciumverbindung mit der Formel I

5



in Wasser emulgiert, gegebenenfalls in Anwesenheit einer oberflächenaktiven Substanz,

10

b) diese Emulsion mit der wässrigen Suspension eines oxidischen oder silikatischen, feinteiligen Füllstoffes oder einer Mischung verschiedener Füllstoffe bei einer Temperatur von 10 bis 50 °C, bevorzugt bei Raumtemperatur, unter Rühren vermischt,

15

c) das Gemisch gegebenenfalls auf eine Temperatur von 50 bis 100 °C, bevorzugt von 60 bis 80 °C aufheizt,

20

d) und nach Ablauf von 10 bis 120 min, bevorzugt von 30 bis 60 min, den modifizierten Füllstoff abfiltriert und bei Temperaturen von 100 bis 150 °C, bevorzugt von 105 bis 120 °C, trocknet oder die Suspension sprühtröcknet.

25

Die Organosiliciumverbindungen mit der Formel I können einzeln oder auch als Gemisch verschiedener Verbindungen in Wasser emulgiert werden. Beläuft sich die Gesamtmenge dieser Verbindungen nach der Vermischung mit der Suspension auf weniger als 3 Gew.-% (bezogen auf die wässrige Suspension), wird eine oberflächenaktive Substanz zur Unterstützung der Emulsionsbildung zugesetzt.

30

Dies ist bei Konzentrationen der Organosiliciumverbindung(en) ab 3 Gew.% nicht mehr notwendig, obwohl es hilfreich sein kann.

... .

- 1 Man stellt die Emulsion bevorzugt bei Raumtemperatur her. Es sind aber auch Temperaturen geeignet, die bis zum Siedepunkt der wässrigen Emulsion reichen.
- 5 Die Konzentration der Organosiliciumverbindung(en) in der hergestellten Emulsion beläuft sich auf 10 bis 80 Gew.%, bevorzugt 20 bis 50 Gew.%, bezogen auf die Gesamtmenge der Emulsion.
- 10 Der pH-Wert der Emulsion liegt ebenso wie der pH-Wert der Füllstoffssuspension nach dem Zumischen der Emulsion im schwach sauren oder schwach alkalischen, bevorzugt aber bei einem pH-Wert von etwa 7.

15

Unter dem verwendeten Begriff wasserunlöslich ist zu verstehen:

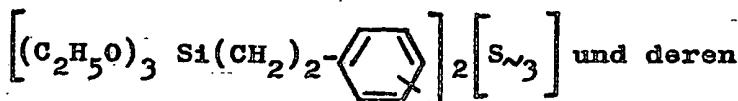
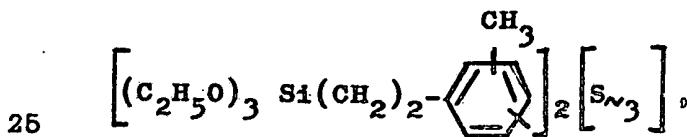
Nach dem Vermischen der Emulsion (ohne oberflächenaktive Substanz) mit der Suspension des Füllstoffs bildet sich 20 um die Füllstoffteilchen herum im gewünschten pH- und Konzentrationsbereich keine klare Lösung der Organosiliciumverbindung(en). Es bleiben vielmehr die getrennten Phasen Wasser und Organosiliciumverbindung bestehen. Die oligosulfidischen Organosilane gemäß der oben 25 angegebenen allgemeinen Formel I sind an sich bekannt und können nach bekannten Verfahren hergestellt werden. Beispiele für vorzugsweise eingesetzte Organosilane sind die z.B. nach der BE-PS 787 691 herstellbaren, Bis-(trialkoxysilyl-alkyl)-oligosulfide wie Bis-(tri-30 methoxy-, -triäthoxy-, -trimethoxyäthoxy-, -tripropoxy-, -tributoxy-, -tri-i-propoxy- und -tri-i-butoxy-silyl-methyl)-oligosulfide und zwar insbesondere die Di-, Tri-, Tetra-, Penta-, Hexasulfide usw., weiterhin Bis- (2-tri-methoxy-, -triäthoxy-, -trimethoxyäthoxy-, -tripropoxy- und -tri-n- und -i-butoxy-äthyl) -oligosulfide und zwar insbesondere die Di-, Tri-, Tetra-, 35

...

- 7 -

1 Penta-, Hexasulfide usw., ferner die Bis-(3-trimethoxy-,  
 -triäthoxy-, -trimethoxyäthoxy-, -tripropoxy-, -tri-n-  
 butoxy- und tri-i-butoxy-silyl-propyl) oligosulfide  
 und zwar wiederum die Di-, Tri-, Tetrasulfide usw  
 5 bis zu Octasulfiden, des weiteren die entsprechenden  
 Bis-(3-trialkoxysilylisobutyl)-oligosulfide, die  
 entsprechenden Bis-(4-trialkoxysilylbutyl)-oligosulfide.  
 Von diesen ausgewählten, relativ einfach aufgebauten  
 Organosilanen der allgemeinen Formel I werden wiederum  
 10 bevorzugt die Bis-(3-trimethoxy-, -triäthoxy- und  
 -tripropoxysilylpropyl)-oligosulfide, und zwar die  
 Di-, Tri-, Tetra- und Pentasulfide, insbesondere die  
 Triäthoxyverbindungen mit 2, 3 oder 4 Schwefelatomen  
 und deren Mischungen. Alk bedeutet in der allgemeinen  
 15 Formel I einen zweiwertigen, geraden oder verzweigten  
 Kohlenwasserstoffrest, vorzugsweise einen gesättigten  
 Alkylenrest mit gerader Kohlenstoffkette mit 1 bis 4  
 Kohlenstoffatomen.

20 Speziell geeignet sind auch die Silane mit der  
 folgenden Strukturformel



30 Methoxianaloge, herstellbar nach der DE-AS 25 58 191.

Als oberflächenaktive Substanzen finden bevorzugt  
 nichtionogene, kationische und anionische Tenside  
 Verwendung. Ihre Konzentration im der Emulsion beträgt  
 35 1 bis 7 Gew.%, bevorzugt 3 bis 5 Gew.%.  
 ...

- 8 -

1 Beispiele für derartige Tenside sind Alkylphenolpolyglycolether, Alkylpolyglycolether, Polyglycole, Alkyltrimethylammoniumsalze, Dialkyldimethylammoniumsalze, Alkylbenzyltrimethylammoniumsalze, Alkylbenzolsulfonate, Alkylhydrogensulfate, Alkylsulfate.

Die zu modifizierenden natürlichen Füllstoffe, auch als Gemisch von zwei oder mehr dieser Füllstoffe, sind an sich in der Kautschuktechnologie bekannte Füllstoffe.

10 Wesentliche Voraussetzung für ihre Eignung ist das Vorhandensein von OH-Gruppen an der Oberfläche der Füllstoffteilchen, die mit den Alkoxigruppen der Organosiliciumverbindungen reagieren können. Es handelt sich um oxidische und silikatische Füllstoffe, die mit 15 Kautschukem verträglich sind, und die für diese Verwendung notwendige Feinteiligkeit aufweisen.

Als natürliche Silikate sind besonders Kaoline oder Clays geeignet. Aber auch 20 Kieselgur oder Diatomeenerde können eingesetzt werden.

Als oxidische Füllstoffe sind beispielhaft zu nennen Aluminiumoxid, Aluminiumhydroxid oder -trihydrat und Titandioxid, die aus natürlichen Vorkommen gewonnen 25 werden.

- Die Emulsion wird in derartigen Mengen mit der Füllstoffsuspension vermischt, daß die Konzentration der Organosiliciumverbindung 0,3 bis 15 Gew.-%, 30 bevorzugt 0,3 bis 2 Gew.-%, bezogen auf die Füllstoffmenge beträgt.

1. Die modifizierten Füllstoffe enthalten 0,3 bis 15 Gew.%, bevorzugt 0,3 bis 2 Gew.%, der Organosiliciumverbindungen, bezogen auf den trockenen Füllstoff.
- 5 Sie sind besonders geeignet zur Verwendung in vulkanisierten und formbaren Kautschukmischungen, die nach den üblichen Verfahren in der Gummiindustrie hergestellt werden.  
Eine nachteilige Wirkung der auf den Füllstoffober-
- 10 flächen eventuell adsorbierten oberflächenaktiven Substanzen ist nicht festzustellen.

Zu den geeigneten Kautschukarten zählen alle noch Doppelbindungen enthaltende und mit Schwefel sowie

- 15 Vulkanisationsbeschleuniger(n) zu Elastomeren vernetzbare Kautschuke und deren Gemische. Insbesondere sind dies die halogenfreie Kautschukarten, vorzugsweise sogenannte Dien-Elastomere. Zu diesen Kautschukarten zählen beispielsweise, gegebenenfalls ölgestreckte, natürliche und synthetische Kautschuke, wie Naturkautschuke, Butadienkautschuke, Isoprenkautschuke, Butadien-Styrol-Kautschuke, Butadien-Acrylnitril-Kautschuke, Butylkautschuke, Terpolymere aus Äthylen, Propylen und zum Beispiel nichtkonjugierten Dienen.
- 25 Ferner kommen für Kautschukgemische mit den genannten Kautschuken die folgenden zusätzlichen Kautschuke infrage:  
Carboxylkautschuke, Epoxidkautschuke, Trans-Polypentenamer, halogenierte Butylkautschuke, Kautschuke aus 2-Chlor-Butadien, Äthylen-Vinylacetat-Copolymere, Äthylen-Propylen-Copolymere, gegebenenfalls auch chemische Derivate des Naturkautschuks sowie modifizierte Naturkautschuke. Vorzugsweise werden Naturkautschuke und Polyisopren-Kautschuke eingesetzt und zwar allein oder in Mischungen miteinander und/oder jeweils in Mischung mit den obengenannten Kautschuken.

- 10 -

- 1 Der modifizierte Füllstoff wird in der Menge zugemischt, daß der Gewichtsanteil der auf ihm enthaltenen Organosiliciumverbindung zwischen 0,3 und 10 Gew.%, bevorzugt zwischen 0,3 und 2 Gew.%, bezogen auf den Kautschukanteil, liegt.

Dabei ist natürlich der vorgeschriebene Gesamtanteil des Füllstoffs in der vulkanisierbaren Kautschukmischung zu beachten.

- 10 Das bedeutet, daß sowohl die Gesamtmenge des einzusetzenden Füllstoffs als auch eine Teilmenge modifiziert sein kann. Im letzteren Fall ist der noch fehlende Teil dann in nicht modifizierter Form zuzumischen.

- 15 Die erfindungsgemäß hergestellten modifizierten Füllstoffe führen in den vulkanisierten Kautschukmischungen zu einer deutlichen Verbesserung der gummitechnischen Eigenschaften im Vergleich zu Mischungen, in die die Organosiliciumverbindung und der Füllstoff getrennt eingearbeitet wurden.

20

Es zeigt sich auch die Überlegenheit von Kautschukvulkanisaten, die den erfindungsgemäß hergestellten Füllstoff enthalten gegenüber Vulkanisaten mit einem

- 11 -

1 Die modifizierten Füllstoffe werden in folgenden Kautschukmischungen getestet:

Test Rezeptur 1 - Naturkautschuk

5

SMR 5, ML 4 = 68	100
Füllstoff	100
ZnO, RS	5
Stearinsäure	2
10 Agerite Stalite	1
Circo Light R.P.A.	4
MBTS	1,25
Schwefel	2,75

15

Test Rezeptur 2 - SBR 1500

20

Ameripol 1502	100
Füllstoff	150
ZnO, RS	3
Stearinsäure	1
D.E.G.	3
TMTD	0,1
MBTS	1,5
25 Schwefel	2.

Bei den verwendeten Emulgatoren, Organosiliciumverbindung und Füllstoffen handelt es sich um folgende Produkte:

30

Emulgatoren

Marlophen 812 = Nonylphenolpolyglycolether (12 Ethylen-  
(CWH) oxideinheiten)

35

Marlophen 820 = Nonylphenolpolyglycolether (20 Ethylen-  
(CWH) oxideinheiten)

\*\*\*

- 12 -

1 Marlowet GFW = Alkylphenolpolyglycolether  
(CWH)

Barquat MB 80 = Alkyldimethylbenzylammoniumchlorid (Lonza)

Organosiliciumverbindung

5 Si 69 = Bis- 3-(triethoxisilyl)propyl- tetrasulfan  
(Degussa)

A 189 = Mercaptopropyltrimethoxisilan  
(Union Carbide)

10

Clays

Suprex Clay, Hexafil (ECC), HEWP (ECC) Speswhite (ECC)  
(Huber)

15

Zur Beurteilung der gummitechnischen Eigenschaften  
der Vulkanisate werden folgende Werte ermittelt:

Spannungswert = Modul gemäß DIN 53504

20 Firestone Ball Rebound " AD 20245

Abriebwiderstand " DIN 53516

Compression Set B " ASTM D 395

GOODRICH Flexometer " ASTM D 623 A

25

30

35

...

1 Beispiel 1

Zu einer wässrigen Tensidlösung mit einer Konzentration von 40 g/l wird unter starkem Rühren Si 69 zugegeben, so daß die Konzentration an Si 69 in der gebildeten Emulsion 90 g/l beträgt. Sofort nach der Zubereitung werden 200 ml dieser Emulsion in eine Suspension von 6 kg Suprex Clay in 25 kg Wasser bei 40°C unter Rühren gegeben. Die Suspension wurde auf 85°C aufgeheizt, anschließend filtriert und getrocknet. In einem Versuch wurde auf das Aufheizen verzichtet. Das getrocknete Material wurde zuerst auf einer Zahnscheibenmühle und anschließend auf einer Stiftmühle vermahlen.

Eine Übersicht über die verwendeten Emulgatoren und die mit diesen in Naturkautschuk und Synthesekautschuk erzielten Resultate, ausgedrückt durch den Modul 300 zeigt Tabelle 1. Es kann festgestellt werden, daß mit allen verwendeten Emulgatoren eine deutliche Leistungssteigerung gegenüber der Referenzmischung mit einem un behandelten Suprex Clay erzielt wurde.

Daß neben der besseren Handhabbarkeit der modifizierten Füllstoffe gegenüber einer Zugabe von Silan während des Einmischens in die Kautschukmatrix zusätzlich eine Leistungssteigerung erzielt werden kann, zeigt Beispiel 2.

25 Beispiel 2

Die Vorgehensweise erfolgte analog Beispiel 1. Als Emulgator wurde Marlophen 812 eingesetzt. Es wurden jeweils 0,3 bzw. 0,45 Gewichtsteile Silan auf 100 Gewichtsteile Suprex Clay aufgebracht. Zum Vergleich wurde neben dem wasserunlöslichen Si 69 das in diesen Mengen wasserlösliche A 189 verwendet. Die hiermit erhaltenen Produkte wurden wiederum in Natur- und

1 Synthesekautschuk eingearbeitet. Zum Vergleich wurde  
Si 69 in den entsprechenden Konzentrationen direkt in  
die Kautschukmischungen eingearbeitet. Tabelle 2 zeigt  
die erhaltenen Resultate. Es kann festgestellt werden,  
5 daß für das wasserunlösliche Si 69 eine Modifizierung  
des Füllstoffs der getrennten Zugabe in die Kautschuk-  
mischung überlegen ist.

In Beispiel 3 wird die Wirkungsweise bei weiteren  
10 Füllstoffen gezeigt.

Beispiel 3

Es wurden drei verschiedene Füllstoffe mit 0,5 Gewichts-  
teilen Si 69, bezogen auf 100 Gewichtsteile Füllstoff  
15 in wässriger Suspension modifiziert. Zu einer Suspension  
von 16 kg Hexafil in 20 kg Wasser wurde unter Rühren  
eine Emulsion von 80 g Si 69 in 200 ml einer Lösung von  
Marlowet GFW mit einer Konzentration von 40 g/l bei  
Raumtemperatur zugegeben. Nach einer halben Stunde wurde  
20 die Suspension auf Bleche gefüllt und im Trockenschrank  
getrocknet. Die Aufarbeitung erfolgte wie in Beispiel 1.  
Das gleiche Verfahren wurde mit HEWP durchgeführt, wobei  
ein Teil der Einsatzmengen wie folgt geändert wurde:  
15 kg HEWP, 86 kg Wasser, 75 g Si 69. Als drittes  
25 wurden 30 kg fertig bezogener Speswhite slurry  
(= 1,67 g/cm<sup>3</sup>, Feststoffgehalt 1,1 g/ml) mit 100 g Si 69  
in 200 ml Marlowet GFW-Lösung (Konzentration 40 g/l)  
zur Reaktion gebracht. Die Prüfergebnisse in Natur-  
und Synthesekautschuk zeigt Tabelle 3. Auch hier ist  
30 ein deutlicher Anstieg der Moduli zu verzeichnen.

Neben der Verbesserung der Moduli werden auch andere  
wichtige gummitechnische Daten durch das erfindungsge-  
mäßige Vorgehen verbessert. Dies wird durch Beispiel 4  
35 verdeutlicht.

• • •

1 Beispiel 4

Speswhite slurry wie in Beispiel 3 beschrieben wurde mit verschiedenen Mengen Si 69 modifiziert. Bezogen auf 100 Gewichtsteile Füllstoff wurden 0,5, 1, 1,8, 5 2,6 und 3,5 Gewichtsteile Si 69 eingesetzt. Hierzu wurden in die 200 ml Marlowet CFW-Lösung die entsprechenden Mengen an Si 69 zugegeben. Bei der höchsten Konzentration von 3,5 Gewichtsteilen wurde auf das Tensid verzichtet, da diese relativ große Menge keines 10 zusätzlichen Lösungsvermittlers bedarf. Als Vergleichsstoff wurde ein Speswhite slurry ohne weitere Zugaben gleich aufgearbeitet. Die Aufarbeitung erfolgte wie in den vorhergehenden Beispielen beschrieben. Die ermittelten gummitechnischen Daten in Natur- und Synthesekautschuk sind in den Tabellen 4 und 5 aufgelistet. Durch Zugabe größerer Mengen an Si 69 über 0,5 Gewichtsteile hinaus können weitere Verbesserungen der Eigenschaften erzielt werden.

20

25

30

35

...

1

5

10

15

20

25

30

35

Verwendetes Tensid	Modul 300	
	Naturkautschuk	Synthesekautschuk
Marlophen 812	9,6	7,4
Marlophen 812 <sup>1)</sup>	9,3	7,6
Marlophen 820	9,9	8,7
Marowet GFW	9,6	9,2
Barquat MB 80	10,1	9,6
Natriumdodecylsulfat	9,4	7,7
Alkylbenzolsulfonat	9,8	7,6
Referenzwischung (unbehandelter Clay)	8,5	5,0

1) Suspension wurde bei Raumtemperatur geführt.

Tabelle 1 Wirkungsweise verschiedener Tenside bei der Modifizierung von Suprex Clay mit Si 69

		Gew. Teile Silan		Modul 300		Naturkautschuk		Modul 300		Synthesekautschuk	
Suprex Clay		0						7,5			4,6
"	"	0,3	Si 69		getrennte Zugabe			8,1			7,1
"	"	0,45	Si 69					8,6			6,2
"	"		modifiziert mit	0,3	Si 69			8,9			8,6
"	"	"	"	0,45	Si 69			9,6			10,0
"	"	"	"	0,3	A 189			8,3			6,9
"	"	"	"	0,45	A 189			8,3			7,1

Tabelle 2 Vergleich der getrennten Zugabe von Silan zur Kautschukmodifizierung mit dem modifizierten Suprex Clay.

	Naturkautschuk		Synthesekautschuk	
	Modul 100	Modul 300	Modul 100	Modul 300
Hexafil modifiziert <sup>1)</sup>	3,8	11,2	5,4	8,3
" unmodifiziert	3,3	8,6	4,1	8,2
HEWP modifiziert <sup>1)</sup>	3,6	11,7	5,9	12,8
" unmodifiziert	3,5	8,9	3,5	6,3
Speswhite modifiziert <sup>1)</sup>	9,5	nicht mehr meßbar	9,9	nicht mehr meßbar
" unmodifiziert	6,7	12,7	6,4	8,0

1) gemäß Beispiel 3

Tabelle 3 Erhöhung der Moduli verschiedener Füllstoffe im Vergleich zum unmodifizierten Füllstoff

Gewichtsteile Si 69	Modul 100	Abrieb- widerstand	Compression set	Firestone ball rebound	Goodrich Flexometer
0	6,7	332	55,8	53,5	149
0,5	9,5	267	35,9	53,5	111
1	10,7	295	33,0	53,8	103
1,8	10,7	290	31,6	54,0	100
2,6	11,0	265	30,0	55,6	96
3,5	11,3	254	28,3	55,9	95

Tabelle 4 Modifizierter Speerwhite in Naturkautschuk

Gewichtsteile Si 69	Modul 100	Abrieb- widerstand	Compression set	Firestone ball rebound	Goodrich Flexometer
0	6,4	271	46,6	36,5	thermisch zer- stört nach 10 Minuten
0,5	9,9	256	25,6	37,9	194
1	10,8	256	22,0	37,8	141
1,8	11,5	280	21,5	40,5	127
2,6	12,1	238	19,6	41,3	117
3,5	11,9	261	19,3	39,8	123

Tabelle 5 Modifizierter Spesswhite in Synthesekautschuk

1 Beispiel 5

Es wurde der Einfluß des Emulgators auf die Eigenschaften des Clays geprüft:

5 Tabelle 6

	<u>Modul 300 [mPa]</u>			
	a) Clay (unbeh.)	b) Clay + Si69	c) Clay + GFW	d) Clay + Si69 + GFW
10 Rezeptur 1 (Natur- kautschuk)	7,7	8,2	7,7	9,1
Rezeptur 2 (SBR 1500)	5,5	6,7	5,7	8,5

15

Es zeigt sich, daß der Emulgator keinen Einfluß auf die gummitechnischen Eigenschaften des Clays hat, wie hier beispielhaft am Modul 300 nachgewiesen wurde

20 (Proben a, c).

Die Modifizierung von Clay mit Si69 in Dispersionen, die weniger als 3 Gew.-% Si69, bezogen auf die Menge der Dispersion, enthalten, aber keinen Emulgator, führt zwar zu einer gewissen Verbesserung des M 300-Werts

25 (Probe b). Diese kann jedoch aufgrund der ungenügenden Verteilung des Si69 in der Füllstoffdispersion nicht zu den guten Werten führen, die bei Verwendung von Si 69 in gleicher Konzentration in Kombination mit einem Emulgator erzielt werden (Probe d).

30

35